

**Beads for use in sachets for imparting fragrance to dry laundry consist of a washing agent ingredient containing perfume oil so as to obviate need for disposal of carrier material**

**Publication number:** DE19917692

**Publication date:** 2000-10-26

**Inventor:** NEUMANN MATTHIAS (DE); LAHN WOLFGANG (DE); PAATZ KATHLEEN (DE); WEBER HENRIETTE (DE); JESCHKE RAINER (DE)

**Applicant:** HENKEL KGAA (DE)

**Classification:**

- **International:** C11D3/50; C11D17/04; C11D3/50; C11D17/04; (IPC1-7): A45D34/00; A45D37/00; A61K7/46; C11D3/50; C11D9/44; C11D11/00; C11D13/08; D06F39/02; D06F58/04

- **European:** C11D3/50; C11D17/04B

**Application number:** DE19991017692 19990420

**Priority number(s):** DE19991017692 19990420

**Also published as:**

 WO0063485 (A1)  
 CA2306300 (A1)

[Report a data error here](#)

**Abstract of DE19917692**

Sachets for perfuming dried laundry contains beads of a washing agent ingredient containing at least 1 wt.% perfume oil. Independent claims are also included for: (i) beads suitable for use in sachets, the beads being of a washing agent ingredient containing at least 1 wt.% of a perfume oil and having an average particle size of above 1.5 mm; and (ii) production of the beads by granulating or press-agglomerating an anhydrous pre-mix of 1-30 wt.% perfume oil, 65-99 wt.% carrier and 0-10 wt.% auxiliaries.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES

PATENT- UND  
MARKENAMT

(12) **Offenlegungsschrift**  
(10) **DE 199 17 692 A 1**

(51) Int. Cl. 7:

**A 45 D 34/00**

A 45 D 37/00

D 06 F 58/04

D 06 F 39/02

C 11 D 3/50

C 11 D 9/44

C 11 D 11/00

C 11 D 13/08

A 61 K 7/46

- (21) Aktenzeichen: 199 17 692.2  
(22) Anmeldetag: 20. 4. 1999  
(43) Offenlegungstag: 26. 10. 2000

(71) Anmelder:

Henkel KGaA, 40589 Düsseldorf, DE

(72) Erfinder:

Neumann, Matthias, Dr., 40225 Düsseldorf, DE;  
Lahn, Wolfgang, 47877 Willich, DE; Paatz, Kathleen,  
Dr., 40589 Düsseldorf, DE; Weber, Henriette, Dr.,  
40597 Düsseldorf, DE; Jeschke, Rainer, Dr., 40595  
Düsseldorf, DE

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht  
zu ziehende Druckschriften:

DE	197 46 780 A1
DE	197 35 783 A1
DE	26 22 707 A1
AT	3 57 267
US	10 29 105

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

(54) Duftsäckchen

(57) Duftperlen, welche mindestens 1 Gew.-% Parfümöl enthalten und ansonsten im wesentlichen aus Inhaltsstoffen von Waschmitteln bestehen, eignen sich hervorragend zum Einsatz in Duftsäckchen, zur Beduftung trockener Wäsche. Insbesondere eignen sich Perlen, die einen Durchmesser größer 2,3 mm aufweisen. Ein Vorteil dieser Perlen besteht darin, daß sie, nachdem die Duftwirkung nachläßt, als Waschmittel eingesetzt werden können.

## Beschreibung

Gegenstand der vorliegenden Anmeldung sind Duftsäckchen, die sich zur Beduftung von trockener Wäsche eignen.

Die Beduftung von Wäsche ist ein bereits seit langem untersuchtes Thema. Üblicherweise wird die Wäsche während des Waschvorgangs oder im Wäschetrockner durch die Waschmittel oder entsprechende Hilfsmittel bzw. spezielle Duftzusätze beduftet. Auch wenn diese Beduftung mit speziellen Zusätzen erfolgt, die einen andauernden, an der Wäsche haftenden Duft gewährleisten sollen, so läßt dieser Duft doch während der Lagerung der trockenen Wäsche ständig nach. In der Regel ist bereits eine Woche nach dem Waschen kaum noch Duft wahrnehmbar. Daher besteht Bedarf nach einer Beduftung der trockenen Wäsche, die den Eindruck frisch gewaschener Wäsche auch bei langer Lagerung aufrechterhält.

10 Naheliegend ist es, hierzu eine Vorrichtung zu verwenden, die beispielsweise im Kleiderschrank Duft an die eingelagerte Wäsche abgibt. Zu diesem Zweck werden häufig Stoffsäckchen eingesetzt, die mit getrockneten Pflanzenteilen, beispielsweise Lavendelstengeln, gefüllt sind, welche Duftstoffe freisetzen. Derartige Säckchen sind auch kommerziell erhältlich. Meist enthalten kommerziell erhältliche Säckchen jedoch keine Pflanzenteile, sondern Duftstoffe, die auf geeigneten Trägern aufgebracht wurden.

15 In der Deutschen Offenlegungsschrift DT 26 22 707 wird beispielsweise ein Duftbeutel beschrieben, der einen mit einer Duft-Emulsion getränkten Vlies-Träger enthält. Auch in der DT 26 03 823 werden die Duftstoffe auf einen saugfähigen Träger aufgetragen, der beispielsweise aus textilen Materialen, Papier, Filz oder Schaumstoff bestehen kann. Dieser Träger wird von einer Kunststofffolie umhüllt, die so ein Duftkissen bildet. Diese Duftkissen eignen sich insbesondere zur Wäschebeduftung im Trockner, jedoch beispielsweise auch zur Raumbeduftung, wenn die Kissen auf eine Heizung gelegt werden. Wesentlich ist hierbei, daß die Kissen erhitzt werden, da die Folie nur dann ausreichend Duftstoff passieren läßt.

Derartige Duft-Zubereitungen eignen sich lediglich zur Beduftung der Umgebung und müssen sobald die Duftfreisetzung nachläßt als Abfall entsorgt werden.

Jetzt wurde gefunden, daß es möglich ist, Duftzubereitungen, die Waschmittelinhaltsstoffe enthalten, zur Beduftung trockener Wäsche einzusetzen. Diese Zubereitungen können dann, nach Nachlassen der Duftabgabe zum Waschen von Textilien eingesetzt werden. Dadurch fällt bei Verwendung solcher Duftsäckchen nahezu kein Abfall an.

Ein erster Gegenstand der Erfindung sind dementsprechend Duftsäckchen, zur Beduftung von trockener Wäsche, die dadurch gekennzeichnet sind, daß sie Duftperlen enthalten, die mindestens 1 Gew.-% Parfümöl enthalten und im wesentlichen aus Waschmittelinhaltsstoffen bestehen.

30 Ein zweiter Gegenstand der Erfindung sind Duftperlen, die sich zum Einsatz in Duftsäckchen eignen und dadurch gekennzeichnet sind, daß sie mindestens 1 Gew.-% Parfümöl enthalten, im wesentlichen aus Waschmittelinhaltsstoffen bestehen und eine durchschnittliche Teilchengröße von mehr als 1,5 mm aufweisen.

Im folgenden werden diese Gegenstände der Erfindung näher erläutert:

Die Hülle des Duftsäckchens, also das eigentliche Säckchen, besteht aus einem duftdurchlässigen Material, wobei der Porendurchmesser des Hüllmaterials kleiner als 0,5 mm ist. Bei dem Hüllmaterial kann es sich dabei um gewobenes oder nichtverwobenes Material handeln. Also beispielsweise um ein Gewebe aus natürlichen oder synthetischen Fasern, beispielsweise aus Cellulose, Wolle, Seide, Leinen, Jute, Sisal, Polyamid, Polyester, Polycrylnitril, Polyvinylketten, Polyolefinen oder Rayon, oder Mischgewebe aus diesen Fasern handeln. Ebenso sind Schlauchstoffe aus Viskose oder synthetischen Polymeren, insbesondere Polyurethanen, geeignet. Ferner kann es sich bei dem Hüllmaterial auch um flexible Folien handeln, die Schlitze oder Poren aufweisen. Geeignete Folienmaterialien sind beispielsweise Polyolefine, insbesondere Polyethylen und Polypropylen, Polyester, Polyamide und Celluloseester. Derartige Folien können durchsichtig oder lichtundurchlässig, insbesondere farbig bedruckt, gestaltet sein. Bevorzugte Duftsäckchen verfügen dabei über eine Vorrichtung, die es ermöglicht, die Säckchen in einfacher Weise an einer Aufhängevorrichtung, wie einem Haken, einer Schraube oder einem Nagel, aber insbesondere auch an einem Kleiderbügel oder der Kleiderstange zu befestigen. Unabhängig von der Art des verwendeten Hüllmaterials ist es wesentlich, daß das Hüllmaterial Poren besitzt, um die Duftdurchlässigkeit zu gewährleisten. Dabei sind diese Poren aber grundsätzlich kleiner als 0,5 mm, bevorzugt sogar kleiner als 0,3 mm, da durch größere Poren bei mechanischer Belastung auch die Duftperlen selbst herausfallen könnten.

Die Duftperlen selbst weisen eine durchschnittliche Teilchengröße von mehr als 1,5 mm auf, wobei die Teilchengröße vorzugsweise in dem Bereich 2 bis 10 mm, besonders bevorzugt in dem Bereich 2,3 bis 5 mm liegt. Nach oben ist die Teilchengröße zum einen limitiert, da mit zunehmender Teilchengröße die Oberfläche, über die der Duft abgegeben wird, anteilig immer kleiner wird. Zum anderen sollen sich die Duftperlen auch bei ihrer abschließenden Verwendung als Waschmittel noch ausreichend schnell auflösen. Die Untergrenze ergibt sich zum einen aus der Notwendigkeit, Teilchen zu haben, die deutlich größer sind als die Porenöffnungen des Hüllmaterials und zum anderen aus dem sensitiven Eindruck, den der Verbraucher beim Anfassen der Duftsäckchen erhält.

55 Wesentlich für den sensitiven Eindruck ist dabei auch die Form der Duftperlen. In einer bevorzugten Ausführungsform sind diese Perlen, wie der Name schon vermuten läßt, kugelförmig. Jedoch sind die "Perlen" im Sinne der vorliegenden Erfindung nicht auf die Kugelform beschränkt, vielmehr können sie jede beliebige Form besitzen. Abhängig sind die möglichen Formen nur von dem Herstellverfahren der "Duftperlen", wobei insbesondere die Extrusion eine große Vielfalt an Formen erlaubt. Werden aufwendige Formen, wie Sterne oder Figuren, realisiert, so kann es bevorzugt sein, diese "Perlen" in durchsichtigen Duftsäckchen einzusetzen. In solchen durchsichtigen Duftsäckchen ist es weiterhin bevorzugt, wenn die Duftperlen farbig sind.

60 Damit die Perlen sich in den Duftsäckchen handhaben lassen, ist es wesentlich, daß sie staubfrei und weitgehend resistent gegen Abrieb sind. Auch aus diesem Grund ist es bevorzugt, wenn die Perlen einen annähernden Kugelform aufweisen. Zum Test des Abriebverhaltens wird dabei eine Probe der Duftperlen auf einem Sieb geeigneter Maschenweite gesiebt, der Rückstand gewogen und anschließend auf einem analytischen Sieb zusammen mit geeigneten Kugeln 5 Minuten lang gesiebt. In erfundungsgemäßen bevorzugten Ausführungsformen der Perlen beträgt der Abrieb dabei weniger als 2 Gew.-%. Handelt es sich um annähernd kugelförmige Duftperlen, so beträgt der Abrieb bevorzugt sogar weniger als 1 Gew.-%, insbesondere sogar weniger als 0,5 Gew.-%. Der gewünschte Dufteindruck der Perlen kann wenige Tage oder

auch mehrere Monate anhalten. Erfindungsgemäß bevorzugt ist es, wenn der Duftindruck der mit Duftperlen gefüllten Säckchen mindestens einem Monat, vorzugsweise sogar 6 Wochen annähernd konstant wahrnehmbar bleibt. Dabei hängt die Dauer über die der Duftindruck wahrnehmbar bleibt zum einen vom Herstellverfahren der Duftperlen und zum anderen von den eingesetzten Parfümölen ab.

Die Duftperlen enthalten mindestens 1 Gew.-% Parfümöl. Bevorzugte Duftperlen enthalten dabei 3 bis 30 Gew.-% Parfümöl, wobei Duftperlen, die 5 bis 20 Gew.-% Parfümöl enthalten, besonders bevorzugt sind. Als Parfümöl bzw. Duftstoffe können einzelne Riechstoffverbindungen, z. B. die synthetischen Produkte vom Typ der Ester, Ether, Aldehyd, Ketone, Alkohole und Kohlenwasserstoffe verwendet werden.

Riechstoffverbindungen vom Typ der Ester sind z. B. Benzylacetat, Phenoxyethylisobutyryat, p-tert.-Butylcyclohexylacetat, Linalylacetat, Dimethylbenzylcarbinylacetat (DMBCA), Phenylethylacetat, Benzylacetat, Ethylmethylphenylglycinat, Allylcyclohexylpropionat, Styrallylpropionat, Benzylsalicylat, Cyclohexylsalicylat, Floramat, Melusat und Jasmeyclat. Zu den Ethern zählen beispielsweise Benzylethylether und Ambroxan, zu den Aldehyden z. B. die linearen Alkanale mit 8-18 C-Atomen, Citral, Citronellal, Citronellyloxyacetalddehyd, Cyclamenaldehyd, Lilial und Bourgeonal, zu den Ketonen z. B. die Jonone,  $\alpha$ -Isomethylionon und Methyl-cedrylketon, zu den Alkoholen Anethol, Citronellol, Eugenol, Geraniol, Linalool, Phenylethylalkohol und Terpineol, zu den Kohlenwasserstoffen gehören hauptsächlich die Terpene wie Limonen und Pinen. Bevorzugt werden jedoch Mischungen verschiedener Riechstoffe verwendet, die gemeinsam eine ansprechende Duftnote erzeugen.

Solche Parfümöl können auch natürliche Riechstoffgemische enthalten, wie sie aus pflanzlichen Quellen zugänglich sind, z. B. Pine-, Citrus-, Jasmin-, Patchouly-, Rosen- oder Ylang-Ylang-Öl. Ebenfalls geeignet sind Muskateller-Salbeiöl, Kamillenöl, Nelkenöl, Melissenöl, Minzöl, Zimtblätteröl, Lindenblütenöl, Wacholderbeeröl, Vetiveröl, Olibanumöl, Galbanumöl und Labdanumöl sowie Orangenblütenöl, Neroliöl, Orangenschalenöl und Sandelholzöl.

Um wahrnehmbar zu sein, muß ein Riechstoff flüchtig sein, wobei neben der Natur der funktionellen Gruppen und der Struktur der chemischen Verbindung auch die Molmasse eine wichtige Rolle spielt. So besitzen die meisten Riechstoffe Molmassen bis etwa 200 Dalton, während Molmassen von 300 Dalton und darüber eher eine Ausnahme darstellen. Aufgrund der unterschiedlichen Flüchtigkeit von Riechstoffen verändert sich der Geruch eines aus mehreren Riechstoffen zusammengesetzten Parfüms bzw. Duftstoffs während des Verdampfens, wobei man die Geruchscindrücke in "Kopfnote" (top note), "Herz- bzw. Mittelnote" (middle note bzw. body) sowie "Basisnote" (end note bzw. dry out) unterteilt. Da die Geruchswahrnehmung zu einem großen Teil auch auf der Geruchsintensität beruht, besteht die Kopfnote eines Parfüms bzw. Duftstoffs nicht allein aus leichtflüchtigen Verbindungen, während die Basisnote zum größten Teil aus weniger flüchtigen, d. h. haftfesten Riechstoffen besteht. Bei der Komposition von Parfüms können leichter flüchtige Riechstoffe beispielsweise an bestimmte Fixative gebunden werden, wodurch ihr zu schnelles Verdampfen verhindert wird. Die oben beschriebene Ausführungsform der vorliegenden Erfindung, in der die leichter flüchtigen Riechstoffe bzw. Duftstoffe in das Preßagglomerat inkorporiert werden, ist eine solche Methode zur Riechstofffixierung. Bei der nachfolgenden Einteilung der Riechstoffe in "leichter flüchtige" bzw., "haftfeste" Riechstoffe ist also über den Geruchseindruck und darüber, ob der entsprechende Riechstoff als Kopf- oder Herznote wahrgenommen wird, nichts ausgesagt.

Haftfeste Riechstoffe, die im Rahmen der vorliegenden Erfindung einsetzbar sind, sind beispielsweise die ätherischen Öle wie Angelikawurzelöl, Anisöl, Arnikablütenöl, Basilikumöl, Bayöl, Bergamottöl, Champacablütenöl, Edeltannenöl, Edeltannenzapfenöl, Elemiöl, Eukalyptusöl, Fenchelöl, Fichtennadelöl, Galbanumöl, Geraniumöl, Gingergrasöl, Guajakholzöl, Gurjunbalsamöl, Helichrysumöl, Ho-Öl, Ingweröl, Irisöl, Kajepotöl, Kalmusöl, Kamillenöl, Kampferöl, Kannaöl, Kardamomenöl, Kassiaöl, Kiefernadelöl, Kopaivabalsamöl, Korianderöl, Krauseminzeöl, Kümmelöl, Kuminöl, Lavendelöl, Lemongrasöl, Limetteöl, Mandarinenöl, Melissenöl, Moschuskörneröl, Myrrhenöl, Nelkenöl, Neroliöl, Niaouliöl, Olibanumöl, Orangenöl, Origanumöl, Palmarosaöl, Patschuliöl, Perubalsamöl, Petitgrainöl, Pfefferöl, Pfefferminzöl, Pimentöl, Pine-Öl, Rosenöl, Rosmarinöl, Sandelholzöl, Sellericöl, Spiköl, Sternanisöl, Terpentinöl, Thujaoöl, Thymianöl, Verbenaöl, Vetiveröl, Wacholderbeeröl, Wermutöl, Wintergrünöl, Ylang-Ylang-Öl, Ysop-Öl, Zimtöl, Zimtblätteröl, Zitronellöl, Zitronenöl sowie Zypressenöl.

Aber auch die höhersiedenden bzw. festen Riechstoffe natürlichen oder synthetischen Ursprungs können im Rahmen der vorliegenden Erfindung als haftfeste Riechstoffe bzw. Riechstoffgemische, also Duftstoffe, eingesetzt werden. Zu diesen Verbindungen zählen die nachfolgend genannten Verbindungen sowie Mischungen aus diesen: Ambrettolid,  $\alpha$ -Amylzimaldehyd, Anethol, Anisaldehyd, Anisalkohol, Anisol, Anthranilsäuremethylester, Acetophenon, Benzylaceton, Benzaldehyd, Benzoesäureethylester, Benzophenon, Benzylkohol, Benzylacetat, Benzylbenzoat, Benzylformiat, Benzylvalerianat, Borneol, Bornylacetat,  $\alpha$ -Bromstyrol, n-Decylaldehyd, n-Dodecylaldehyd, Eugenol, Eugenolmethylether, Eukalyptol, Farnesol, Fenchon, Fenchylacetat, Geranylacetat, Geranylformiat, Heliotropin, Heptincarbonsäuremethylester, Heptaldehyd, Hydrochinon-Dimethylether, Hydroxymaldehyd, Hydroxymalalkohol, Indol, Iron, Isoeugenol, Isoeugenolmethylether, Isosafrol, Jasmon, Kampfer, Karvakrol, Karvon, p-Kresolmethylether, Cumann, p-Methoxyacetophenon, Methyl-n-aminoketon, Methylanthranilsäuremethylester, p-Methylacetophenon, Methylchavikol, p-Methylchinnolin, Methyl- $\beta$ -naphthylketon, Methyl-n-nonylacetalddehyd, Methyl-n-nonylketon, Muskion,  $\beta$ -Naphtholethylether,  $\beta$ -Naphtholmethylether, Nerol, Nitrobenzol, n-Nonylaldehyd, Nonylkohol, n-Octylaldehyd, p-Oxy-Acetophenon, Pentedekanolid,  $\beta$ -Phenylethylkohol, Phenylacetalddehyd-Dimethyacetal, Phenylessigsäure, Pulegon, Safrrol, Salicylsäureisoamylester, Salicylsäuremethylester, Salicylsäurehexylester, Salicylsäurecyclohexylester, Santalol, Skatol, Terpineol, Thymen, Thymol,  $\gamma$ -Undelacton, Vanilin, Veratrumaldehyde, Zimtaldehyd, Zimtalkohol, Zimtsäure, Zimtsäurechylester, Zimtsäurebenzylester.

Zu den leichter flüchtigen Riechstoffen zählen insbesondere die niedriger siedenden Riechstoffe natürlichen oder synthetischen Ursprungs, die allein oder in Mischungen eingesetzt werden können. Beispiele für leichter flüchtige Riechstoffe sind Alkyisothiocyanate (Alkylsenföle), Butandion, Limonen, Linalool, Linaylacetat und -propionat, Menthol, Menthon, Methyl-n-heptenon, Phellandren, Phenylacetalddehyd, Terpinylacetat, Zitral, Zitronellal.

Neben den Riechstoffen enthalten die Duftperlen als wesentliche Bestandteile typische Waschmittelinhaltsstoffe. Diese Waschmittelinhaltsstoffe haben die wesentliche Funktion, die Funktion der Duftperlen beim Nachlassen des Duftindrucks als Waschmittel zu gewährleisten und in dem Waschprozeß zu wirken. Darüberhinaus sind diese Substanzen

aber gleichzeitig als Trägersubstanzen für die Parfümöl unerlässlich.

Bevorzugte Trägerstoffe sind ausgewählt aus der Gruppe der Tenside, Tensidcompounds, Di- und Polysaccharide und Buildersubstanzen und werden in Mengen bis zu 99 Gew.-%, bevorzugt zwischen 65 und 97 Gew.-%, insbesondere von 70 bis 90 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gewicht des entstehenden Formkörpers, eingesetzt.

5 Als tensidische Trägerstoffe können sämtliche bei Temperaturen bis 40°C festen Tenside bzw. Tensidcompounds eingesetzt werden. Im Rahmen der vorliegenden Erfindung wird unter dem Begriff "Tensidcompound" eine tensidhaltige Zubereitung verstanden, die neben üblichen Trägermaterialien und Hilfsstoffen mindestens 20 Gew.-% eines anionischen, kationischen oder nichtionischen Tensids, bezogen auf das Tensidcompound, enthält. Die in Tensidcompounds üblichen Trägerstoffe können dabei vorzugsweise identisch mit den vorgenannten Trägerstoffen, die im erfindungsgemäß 10 10en Verfahren eingesetzt werden, sein, es können aber auch andere als die oben genannten Trägerstoffe als Träger in den Tensidcompounds enthalten sein.

In bevorzugten Ausführungsformen werden ein oder mehrere Anionentensidcompounds oder Anionentenside, insbesondere Seifen, in Mengen von 65 bis 99 Gew.-%, vorzugsweise von 70 bis 90 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gewicht des entstehenden Formkörpers, als Trägermaterialien eingesetzt. Beispiele für Anionentensidcompounds sind dabei Alkyl-15 benzolsulfonat(ABS)-Compounds auf Silikat- oder Zeolith-Trägern mit ABS-Gehalten von beispielsweise 10, 15, 20 oder 30 Gew.-%, Fettalkoholsulfat(FAS)-Compounds auf Silikat-, Zeolith- oder Natriumsulfat-Trägern mit Aktivsubstanzgehalten von beispielsweise 50-70, 80 oder 90 Gew.-% sowie anionentensidhaltige Compounds auf Basis Natriumcarbonat/Natriumsilikat mit Anionentensidgehalten oberhalb von 40 Gew.-%.

Auch die reinen Anionentenside können im Rahmen der vorliegenden Erfindung als Trägerstoffe eingesetzt werden, sofern sie fest sind und sich ihr Einsatz nicht wegen eventueller Hygroskopizität verbietet. Insbesondere Seifen sind dabei 20 als reinanionentensidische Trägerstoffe bevorzugt, da sie einerseits bis zu hohen Temperaturen fest bleiben können und andererseits keine Probleme hinsichtlich einer unerwünschten Wasseraufnahme verursachen. Als Seifen finden in den Trägermaterialien für die erfindungsgemäßen Formkörper sämtliche Salze von Fettsäuren Verwendung. Während prinzipiell beispielsweise Aluminium-, Erdalkali- und Alkalimetallsalze der Fettsäuren eingesetzt werden können, sind Formkörper 25 bevorzugt, in denen die Alkalimetall und aus diesen wiederum bevorzugt die Natriumsalze der Fettsäuren enthalten sind. Als Fettsäuren, deren Salze als Trägermaterial eingesetzt werden können, sind sämtliche aus pflanzlichen oder tierischen Ölen und Fetten gewonnenen Säuren geeignet. Die Fettsäuren können gesättigt oder ein- bis mehrfach ungesättigt sein. Selbstverständlich können nicht nur "reine" Fettsäuren eingesetzt werden, sondern auch die bei der Spaltung aus Fetten 30 und Ölen, beispielsweise Palmkern-, Kokos-, Erdnuß- oder Rüböl bzw. Rindertalg, gewonnenen technischen Fettsäuregemische, wobei diese Gemische aus ökonomischer Sicht wiederum deutlich bevorzugt sind.

So lassen sich in den Trägermaterialien beispielsweise einzelne Spezies oder Gemische der Salze folgender Säuren einsetzen: Caprylsäure, Pelargonsäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure, Octadecan-12-ol-säure, Arachinsäure, Behensäure, Lignocerinsäure, Cerotinsäure, Melissinsäure, 10-Undecensäure, Petroselinsäure, Petroselaidinsäure, Ölsäure, Elaidinsäure, Ricinolsäure, Linolaidinsäure,  $\alpha$ - und  $\beta$ -Eläostearinsäure, Gadoleinsäure Eruca-säure, Brassidinsäure. Selbstverständlich sind auch die Salze der Fettsäuren mit ungerader Anzahl von C-Atomen einsetzbar, beispielsweise die Salze von Undecansäure, Tridecansäure, Pentadecansäure, Heptadecansäure, Nonadecansäure, Heneicosansäure, Tricosansäure, Pentacosansäure, Heptacosansäure.

In besonders bevorzugten Duftperlen werden als Trägerstoff(e) ein oder mehrere Stoffe aus der Gruppe der Natriumsalze von gesättigten oder ungesättigten C<sub>8-24</sub>-Fettsäuren, vorzugsweise von gesättigten oder ungesättigten C<sub>12-18</sub>-Fettsäuren und insbesondere von gesättigten oder ungesättigten C<sub>16</sub>-Fettsäuren, in Mengen von 65 bis 99 Gew.-%, vorzugsweise von 70 bis 90 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gewicht des entstehenden Formkörpers, eingesetzt.

Weitere geeignete Trägerstoffe sind beispielsweise Di- und Polysaccharide, wobei von Saccharose und Maltose über Oligosaccharide bis hin zu den "klassischen" Polysacchariden wie Cellulose und Stärke sowie deren Derivaten eine breite Palette an Stoffen eingesetzt werden kann. Unter den Stoffen aus dieser Untergruppe sind wiederum die Stärken 45 besonders bevorzugt.

Auch die üblicherweise in Wasch- und Reinigungsmitteln eingesetzten Trägerstoffe wie Silikate und Zeolithe sind im Rahmen der vorliegenden Erfindung als Trägerstoffe geeignet. Der eingesetzte feinkristalline, synthetische und gebundenes Wasser enthaltende Zeolith ist vorzugsweise Zeolith A, X und/oder P. Als Zeolith P wird beispielsweise Zeolith MAP® (Handelsprodukt der Firma Crosfield) eingesetzt. Geeignet sind jedoch auch Zeolith Y sowie Mischungen aus A, 50 X, Y und/oder P. Eine derartige Mischung aus Zeolith A und Zeolith X befindet sich beispielsweise unter der Bezeichnung Vegobond AX® (Fa. Condea Augusta S. p.A.) im Handel. Der Zeolith kann als sprühgetrocknetes Pulver oder auch als ungetrocknete, von ihrer Herstellung noch feuchte, stabilisierte Suspension zum Einsatz kommen. Für den Fall, daß der Zeolith als Suspension eingesetzt wird, kann diese geringe Zusätze an nichtionischen Tensiden als Stabilisatoren enthalten, beispielsweise 1 bis 3 Gew.-%, bezogen auf Zeolith, an ethoxylierten C<sub>12-C<sub>18</sub></sub>-Fettalkoholen mit 2 bis 5 Ethylen-55 oxidgruppen, C<sub>12-C<sub>14</sub></sub>-Fettalkoholen mit 4 bis 5 Ethylenoxidgruppen oder ethoxylierten Isotridecanolen. Geeignete Zeolithe weisen eine mittlere Teilchengröße von weniger als 10 µm (Volumenverteilung; Meßmethode: Coulter Counter) auf und enthalten vorzugsweise 18 bis 22 Gew.-%, insbesondere 20 bis 22 Gew.-% an gebundenem Wasser.

Geeignete Trägerstoffe sind auch schichtförmige Natriumsilikate der allgemeinen Formel NaMSi<sub>x</sub>O<sub>2x+1</sub> · yH<sub>2</sub>O, wo bei M Natrium oder Wasserstoff bedeutet, x eine Zahl von 1,9 bis 4 und y eine Zahl von 0 bis 20 ist und bevorzugte Werte für x 2, 3 oder 4 sind. Derartige kristalline Schichtsilikate werden beispielsweise in der europäischen Patentanmeldung EP-A-0 164 514 beschrieben. Bevorzugte kristalline Schichtsilikate der angegebenen Formel sind solche, in denen M für Natrium steht und x die Werte 2 oder 3 annimmt. Insbesondere sind sowohl  $\beta$ - als auch  $\delta$ -Natriumdisilikate Na<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub> · yH<sub>2</sub>O bevorzugt.

Zu den bevorzugten Buildersubstanzen gehören auch amorphe Natriumsilikate mit einem Modul Na<sub>2</sub>O : SiO<sub>2</sub> von 65 1 : 2 bis 1 : 3,3, vorzugsweise von 1 : 2 bis 1 : 2,8 und insbesondere von 1 : 2 bis 1 : 2,6, welche löseverzögert sind und Sekundärwascheigenschaften aufweisen. Die Löseverzögerung gegenüber herkömmlichen amorphen Natriumsilikaten kann dabei auf verschiedene Weise, beispielsweise durch Oberflächenbehandlung, Compoundierung, Kompaktierung/Verdichtung oder durch Überdrucknung hervorgerufen worden sein. Im Rahmen dieser Erfindung wird unter dem Begriff

"amorph" auch "röntgenamorph" verstanden. Dies heißt, daß die Silikate bei Röntgenbeugungsexperimenten keine scharfen Röntgenreflexe liefern, wie sie für kristalline Substanzen typisch sind, sondern allenfalls ein oder mehrere Maxima der gestreuten Röntgenstrahlung, die eine Breite von mehreren Gradeinheiten des Beugungswinkels aufweisen. Es kann jedoch sehr wohl sogar zu besonders guten Buildereigenschaften führen, wenn die Silikatpartikel bei Elektronenbeugungsexperimenten verwaschene oder sogar scharfe Beugungsmaxima liefern. Dies ist so zu interpretieren, daß die Produkte mikrokristalline Bereiche der Größe 10 bis einige Hundert nm aufweisen, wobei Werte bis max. 50 nm und insbesondere bis max. 20 nm bevorzugt sind. Derartige sogenannte röntgenamorphe Silikate, welche ebenfalls eine Löschverzögerung gegenüber den herkömmlichen Wassergläsern aufweisen, werden beispielsweise in der deutschen Patentanmeldung DE-A-44 00 024 beschrieben. Insbesondere bevorzugt sind verdichtete/kompaktierte amorphe Silikate, compoundierte amorphe Silikate und übertröcknete röntgenamorphe Silikate.

Geeignete Trägermaterialien sind weiterhin Schichtsilikate natürlichen und synthetischen Ursprungs. Derartige Schichtsilikate sind beispielsweise aus den Patentanmeldungen DE-B-23 34 899, EP-A-0 026 529 und DE-A-35 26 405 bekannt. Ihre Verwendbarkeit ist nicht auf eine spezielle Zusammensetzung bzw. Strukturformel beschränkt. Bevorzugt sind hier jedoch Smectite, insbesondere Bentonite.

Geeignete Schichtsilikate, die zur Gruppe der mit Wasser quellfähigen Smectite zählen, sind beispielsweise Montmorillonit, Hectorit oder Saponit. Zusätzlich können in das Kristallgitter der Schichtsilikate gemäß den vorstehenden Formeln geringe Mengen an Eisen eingebaut sein. Ferner können die Schichtsilikate aufgrund ihrer ionenaustauschenden Eigenschaften Wasserstoff-, Alkali-, Erdalkali-Ionen, insbesondere Na und Ca<sup>2+</sup> enthalten. Die Hydratwassermenge liegt meist im Bereich von 8 bis 20 Gew.-% und ist vom Quellzustand bzw. von der Art der Bearbeitung abhängig. Brauchbare Schichtsilikate sind beispielsweise aus US-A-3,966,629, EP-A-0 026 529 und EP-A-0 028 432 bekannt.

Vorzugsweise werden Schichtsilikate verwendet, die aufgrund einer Alkalibehandlung weitgehend frei von Calciumionen und stark färbenden Eisenionen sind.

Brauchbare organische Trägerstoffe sind beispielsweise die in Form ihrer Natriumsalze einsetzbaren Polycarbonsäuren, wie Citronensäure, Adipinsäure, Bernsteinsäure, Glutarsäure, Weinsäure, Zuckersäuren, Aminocarbonsäuren, Nitritotriessigsäure (NTA), sofern ein derartiger Einsatz aus ökologischen Gründen nicht zu beanstanden ist, sowie Mischungen aus diesen. Bevorzugte Salze sind die Salze der Polycarbonsäuren wie Citronensäure, Adipinsäure, Bernsteinsäure, Glutarsäure, Weinsäure, Zuckersäuren und Mischungen aus diesen.

Auch die Säuren an sich können eingesetzt werden. Die Säuren besitzen neben ihrer Eigenschaft als Trägersubstanz typischerweise auch die Eigenschaft einer Säuerungskomponente und dienen somit auch zur Einstellung eines niedrigeren und milderer pH-Wertes von Wasch- oder Reinigungsmitteln. Insbesondere sind hierbei Citronensäure, Bernsteinäure, Glutarsäure, Adipinsäure, Gluconsäure und beliebige Mischungen aus diesen zu nennen. Vorzugsweise werden diese Säuren in den Duftperlen wasserfrei eingesetzt.

Werden die Duftperlen zum Waschen eingesetzt, so können die Duftperlen alleine als Waschmittel verwendet werden. Bevorzugt ist es jedoch, wenn die Duftperlen nur einen Teil des verwendeten Waschmittels ersetzen. Insbesondere ist es bevorzugt, wenn bis zu 50 Gew.-% des eingesetzten Waschmittels von den Duftperlen gebildet wird, wobei es besonders bevorzugt ist, wenn 10 bis 30 Gew.-% des Waschmittels durch Duftperlen ersetzt werden.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Duftperlen, die sich zum Einsatz in Duftstükken eignen, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß ein festes und im wesentlichen wasserfreies Vorgemisch aus 1 bis 30 Gew.-% Parfümöl, 65 bis 99 Gew.-% Trägerstoffen und 0 bis 10 Gew.-% Hilfsstoffen einer Granulation oder Preßagglomeration unterworfen wird, wobei die Granulation oder Preßagglomeration so geführt wird, daß die resultierenden Duftperlen eine durchschnittliche Teilchengröße von mehr als 1,5 mm aufweisen.

Dabei kann weitgehend gemäß der Offenbarung der älteren Deutschen Patentanmeldung DE 197 46 780.6 gearbeitet werden. Wesentlich in der Verfahrensführung ist jedoch, daß das Verfahren gemäß der vorliegenden Erfindung so geführt wird, daß die resultierenden Duftperlen eine durchschnittliche Teilchengröße von mehr als 1,5 mm, vorzugsweise in dem Bereich von 2 bis 10 mm und besonders bevorzugt in dem Bereich von 2,3 bis 5 mm aufweisen.

Dabei ist im Rahmen dieser Erfindung unter "im wesentlichen wasserfrei" ein Zustand zu verstehen, bei dem der Gehalt an flüssigem, d. h. nicht in Form von Hydratwasser und/oder Konstitutionswasser vorliegendem Wasser unter 2 Gew.-%, vorzugsweise unter 1 Gew.-% und insbesondere sogar unter 0,5 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Vorgemisch, liegt. Wasser kann dementsprechend im wesentlichen nur in chemisch und/oder physikalisch gebundener Form bzw. als Bestandteil der als Feststoff vorliegenden Rohstoffe bzw. Compounds, aber nicht als Flüssigkeit, Lösung oder Dispersion in das Verfahren zur Herstellung des Vorgemisches eingebracht werden. Vorteilhafterweise weist das Vorgemisch insgesamt einen Wassergehalt von nicht mehr als 15 Gew.-% auf, wobei dieses Wasser also nicht in flüssiger freier Form, sondern chemisch und/oder physikalisch gebunden vorliegt, und es insbesondere bevorzugt ist, daß der Gehalt an nicht an Zeolith und/oder an Silikaten gebundenem Wasser im festen Vorgemisch nicht mehr als 10 Gew.-% und insbesondere nicht mehr als 7 Gew.-% beträgt.

Das im wesentlichen wasserfreie Vorgemisch wird nach dem Zusammengeben der einzelnen Bestandteile einer Granulation oder Preßagglomeration unterworfen. Bei der Granulation wird das Vorgemisch durch die umlaufenden Mischwerkzeuge verdichtet und homogenisiert und zu Duftstoff-Formkörpern, insbesondere Duftperlen, granuliert. Die Granulation des im wesentlichen wasserfreien Vorgemisches liefert dabei Duftperlen mit einem breiteren Kornspektrum (Grob- und Feinanteile), weshalb die Verfahrensvariante der Preßagglomeration gegenüber der Granulation bevorzugt ist.

Bei dem Verfahren der Preßagglomeration wird das Vorgemisch unter Druck und unter Einwirkung von Scherkräften verdichtet und plastifiziert, dabei homogenisiert und anschließend formgebend aus den Apparaten ausgegetragen. Die technisch bedeutsamsten Preßagglomerationsverfahren sind die Extrusion, die Walzenkomprimierung, die Pelletierung und das Tablettieren. Im Rahmen der vorliegenden Erfindung bevorzugte Preßagglomerationsverfahren sind die Extrusion, die Walzenkomprimierung und die Pelletierung.

Die Trägerstoffe haben die Aufgabe, die zumeist flüssigen Komponenten des Parfüms aufzunehmen, ohne daß die Teilchen untereinander verkleben. Erst durch die Einwirkung der Mischwerkzeuge bei der Granulation oder höherer

# DE 199 17 692 A 1

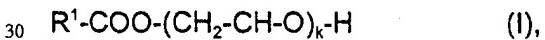
Scherkräfte bei der Preßagglomeration wird – gegebenenfalls durch den Zusatz von Hilfsstoff(en) – ein homogenes plastifiziertes Gemisch erhalten, bei dem das Parfüm fein verteilt in den Träger eingearbeitet wird. Diese Verfahrensweise hat gegenüber dem herkömmlichen Auftragen von Parfüm auf poröse Trägerstoffe deutliche Vorteile, wie später noch näher beschrieben wird. Die in dem Verfahren einzusetzenden Trägerstoffe wurden bereits weiter oben beschrieben.

- 5 Vorzugsweise werden in dem Verfahren als Trägerstoff(e) ein oder mehrere Stoffe aus der Gruppe der Tenside, Tensidcompounds, Di- und Polysaccharide, Silikate, Zeolith, Carbonate, Sulfate und Citrate in Mengen bis zu 99 Gew.-%, bevorzugt von 65 bis 97 Gew.-%, insbesondere von 70 bis 90 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gewicht des entstehenden Formkörpers, eingesetzt. Insbesondere ist es bevorzugt, wenn als Trägerstoff(e) ein oder mehrere Aniontensidcompounds oder Aniontenside, insbesondere Seifen, in Mengen von 65 bis 99 Gew.-%, vorzugsweise von 70 bis 90 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gewicht des entstehenden Formkörpers, eingesetzt werden. In einem ebenfalls bevorzugten Verfahren werden als Trägerstoff(e) ein oder mehrere Stoffe aus der Gruppe der Natriumsalze von gesättigten oder ungesättigten C<sub>8-24</sub>-Fettsäuren, vorzugsweise von gesättigten oder ungesättigten C<sub>12-18</sub>-Fettsäuren und insbesondere von gesättigten oder ungesättigten C<sub>16</sub>-Fettsäuren, in Mengen von 65 bis 99 Gew.-%, vorzugsweise von 70 bis 90 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gewicht des entstehenden Formkörpers, eingesetzt.
- 10 15 Gegebenenfalls kann das Vorgemisch Hilfsstoffe enthalten, welche den Zusammenhalt der Trägerteilchen, die mit dem Parfüm vermischt wurden, verbessern und unter den Verfahrensbedingungen der Granulation oder Preßagglomeration die festen Teilchen derart von den Hilfsstoffen umschlossen und anschließend miteinander verkleben, daß die fertiggestellten Endprodukte nahezu genau aus diesen vielen kleinen Einzelteilchen aufgebaut sind, welche durch den Hilfsstoff, der die Aufgabe einer vorzugsweisen dünnen Trennwand zwischen diesen Einzelteilchen übernimmt, zusammengehalten werden.

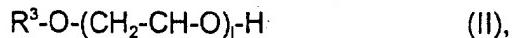
20 25 Diese Hilfsstoffe erleichtern einerseits die Plastifizierung des Vorgemisches unter den Verfahrensbedingungen der Granulation oder Preßagglomeration, andererseits entfalten sie bei der Auflösung der Duftperlen des integrationsfördernde Eigenschaften, ohne daß die Formkörper bei Transport, Anwendung in den Duftsäckchen zur Beduftung trockener Wäsche oder Lagerung miteinander verkleben.

- 25 Geeignete Hilfsstoffe sind solche aus der Gruppe der Polyethylenglycole, der Fettalkoholethoxylate und Fettsäurealkoxylate, die in bevorzugten Verfahren in Mengen von 0 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise von 2 bis 9 Gew.-% und insbesondere von 5 bis 7 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gewicht des entstehenden Formkörpers, eingesetzt werden.

Die optional einzusetzenden Fettsäurealkoxylate lassen sich dabei durch die allgemeine Formel I beschreiben:

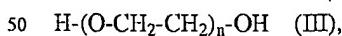


- 35 in der R<sup>1</sup> ausgewählt ist aus C<sub>7-17</sub>-Alkyl- oder -Alkenyl, R<sup>2</sup> = -H oder -CH<sub>3</sub> und k = 2 bis 10. Geeignete Fettalkoholalkoxylate genügen der Formel II:



- 40 45 in der R<sup>3</sup> ausgewählt ist aus C<sub>8-18</sub>-Alkyl- oder -Alkenyl, R<sup>4</sup> = -H oder -CH<sub>3</sub> und l = 2 bis 10. In beiden Fällen lassen sich die entsprechenden Hilfsstoffe durch Ethoxylierung oder Propoxylierung von Fettsäuren bzw. Fettalkoholen in an sich bekannter Weise leicht herstellen, wobei technische Gemische der einzelnen Spezies aus ökonomischen Gründen bevorzugt sind.

Weitere geeignete Hilfsstoffe sind Polyethylenglycole (kurz: PEG), die durch die allgemeine Formel III beschrieben werden können:



- 55 in der der Polymerisationsgrad n von ca. 5 bis zu > 100 000, entsprechend Molmassen von 200 bis 5 000 000 g mol<sup>-1</sup>, variieren kann. Die Produkte mit Molmassen unter 25 000 g mol<sup>-1</sup> werden dabei als eigentliche Polyethylenglycole bezeichnet, während höhermolekulare Produkte in der Literatur oftmals als Polyethylenoxide (kurz: PEOX) bezeichnet werden. Die vorzugsweise eingesetzten Polyethylenglycole können eine lineare oder verzweigte Struktur aufweisen, wobei insbesondere lineare Polyethylenglycole bevorzugt sind.

60 Zu den insbesondere bevorzugten Polyethylenglykolen gehören solche mit relativen Molekülmassen zwischen 2000 und 12000, vorteilhafterweise um 4000, wobei Polyethylenglykole mit relativen Molekülmassen unterhalb 3500 und oberhalb 5000 insbesondere in Kombination mit Polyethylenglykolen mit einer relativen Molekülmasse um 4000 eingesetzt werden können und derartige Kombinationen vorteilhaftcrweise zu mehr als 50 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Menge der Polyethylenglykole, Polyethylenglykole mit einer relativen Molekülmasse zwischen 3500 und 5000 aufweisen. Als Bindemittel können jedoch auch Polyethylenglykole eingesetzt werden, welche an sich bei Raumtemperatur und einem Druck von 1 bar in flüssigem Zustand vorliegen; hier ist vor allem von Polyethylenglykol mit einer relativen Molekülmasse von 200, 400 und 600 die Rede.

- 65 Im Rahmen der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren bevorzugt, in dem als Hilfsstoffe ein oder mehrere Stoffe aus der Gruppe der Polyethylenglycole mit Molmassen zwischen 2 und 15 kg mol<sup>-1</sup>, vorzugsweise zwischen 4 und 10 kg mol<sup>-1</sup>, in Mengen von 0 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise von 2 bis 9 Gew.-% und insbesondere von 5 bis 7 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gewicht des entstehenden Formkörpers, eingesetzt werden.

Das im wesentlichen wasserfreie Vorgemisch wird nach dem Zusammengehen der einzelnen Bestandteile einer Granulation oder Preßagglomeration unterworfen. Bei der Granulation wird das Vorgemisch durch die umlaufenden Mischwerkzeuge verdichtet und homogenisiert und zu Duftperlen, insbesondere Duftperlen, granuliert. Die Granulation des im wesentlichen wasserfreien Vorgemisches liefert dabei Duftperlen mit einem breiteren Kornspektrum (Grob- und Feinanteile), weshalb die Verfahrensvariante der Preßagglomeration gegenüber der Granulation bevorzugt ist.

Bei dem Verfahren der Preßagglomeration wird das Vorgemisch unter Druck und unter Einwirkung von Scherkräften verdichtet und plastifiziert, dabei homogenisiert und anschließend formgebend aus den Apparaten ausgetragen. Die technisch bedeutsamsten Preßagglomerationsverfahren sind die Extrusion, die Walzenkompaktierung, die Pelletierung und das Tablettieren. Im Rahmen der vorliegenden Erfindung bevorzugte Preßagglomerationsverfahren sind die Extrusion, die Walzenkompaktierung und die Pelletierung.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird dabei das Vorgemisch vorzugsweise kontinuierlich einem Planetenextruder oder einem 2-Wellen-Extruder bzw. 2-Schnecken-Extruder mit gleichlaufender oder gegenläufiger Schneckenführung zugeführt, dessen Gehäuse und dessen Extruder-Granulierkopf auf die vorbestimmte Extrudertemperatur aufgeheizt sein können. Unter der Schereinwirkung der Extruderschnecken wird das Vorgemisch unter Druck, der vorzugsweise mindestens 25 bar beträgt, bei extrem hohen Durchsätzen in Abhängigkeit von dem eingesetzten Apparat aber auch darunter liegen kann, verdichtet, plastifiziert, in Form feiner Stränge durch die Lochdüsenplatte im Extruderkopf extrudiert und schließlich das Extrudat mittels eines rotierenden Abschlagmessers vorzugsweise zu etwa kugelförmigen bis zylindrischen Granulatkörnern verkleinert. Der Lochdurchmesser der Lochdüsenplatte und die Strangschnittlänge werden dabei auf die gewählte Granulatdimension abgestimmt. In dieser Ausführungsform gelingt die Herstellung von Granulaten einer im wesentlichen gleichmäßig vorherbestimmbaren Teilchengröße, wobei im einzelnen die absoluten Teilchengrößen dem beabsichtigten Einsatzzweck angepaßt sein können. Im allgemeinen werden Teilchendurchmesser bis höchstens 0,8 cm bevorzugt. Wichtige Ausführungsformen sehen hier die Herstellung von einheitlichen Granulaten im Millimeterbereich, beispielsweise im Bereich von 0,5 bis 5 mm und insbesondere im Bereich von etwa 0,8 bis 3 mm vor. Das Länge/Durchmesser-Verhältnis der abgeschlagenen primären Granulate liegt dabei in einer wichtigen Ausführungsform im Bereich von etwa 1 : 1 bis etwa 3 : 1. Weiterhin ist es bevorzugt, das noch plastische Primärgranulat einem weiteren formgebenden Verarbeitungsschritt zuzuführen; dabei werden am Rohextrudat vorliegende Kanten abgerundet, so daß letztlich kugelförmig bis annähernd kugelförmige Extrudatkörper erhalten werden können. Falls gewünscht können in dieser Stufe geringe Mengen an Trockenpulver, beispielsweise Zeolithpulver wie Zeolith NaA-Pulver, mitverwendet werden. Diese Formgebung kann in marktgängigen Rondiergeräten erfolgen. Dabei ist darauf zu achten, daß in dieser Stufe nur geringe Mengen an Feinkornanteil entstehen. Eine Trocknung der entstehenden Extrudate erübrigkt sich im Rahmen der vorliegenden Erfindung, da das Verfahren erfindungsgemäß im wesentlichen wasserfrei, also ohne die Zugabe von freiem, nichtgebundenem Wasser erfolgt.

Alternativ können Extrusionen/Verpressungen auch in Niedrigdruckextrudern, in der Kahl-Presse oder im Bextruder durchgeführt werden.

Ebenso wie im Extrusionsverfahren ist es auch in den anderen Herstellungsverfahren bevorzugt, die entstandenen Primärgranulate/Kompakte einem weiteren formgebenden Verarbeitungsschritt zuzuführen, insbesondere einer Ver rundung zuzuführen, so daß letztlich kugelförmig bis annähernd kugelförmige (perlenförmige) Körper erhalten werden können.

Dadurch, daß das erfindungsgemäße Verfahren im wesentlichen wasserfrei – d. h. mit Ausnahme von Wassergehalten ("Verunreinigungen") der eingesetzten festen Rohstoffwasserfrei – durchgeführt wird, wird ein ökologisch wertvolles Verfahren bereitgestellt, da durch den Verzicht auf einen nachfolgenden Trocknungsschritt nicht nur Energie gespart wird sondern auch Emissionen, wie sie überwiegend bei herkömmlichen Trocknungsarten auftreten, vermieden werden können. Darüber hinaus ermöglicht der Verzicht auf nachfolgende Trocknungsschritte erst die Einarbeitung der Duftstoffe in das Vorgemisch und somit die Herstellung der erfindungsgemäßen Duftperlen, insbesondere Duftperlen.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird das erfindungsgemäße Verfahren mittels einer Walzenkompaktierung durchgeführt. Hierbei wird das duftstoffhaltige feste und im wesentlichen wasserfreie Vorgemisch gezielt zwischen zwei glatte oder mit Vertiefungen von definierter Form versehene Walzen eindosiert und zwischen den beiden Walzen unter Druck zu einem blattförmigen Kompaktat, der sogenannten Schülpe, ausgewalzt. Die Walzen üben auf das Vorgemisch einen hohen Liniendruck aus und können je nach Bedarf zusätzlich geheizt bzw. gekühlt werden. Bei der Verwendung von Glattwalzen erhält man glatte, unstrukturierte Schülpchenbänder, während durch die Verwendung strukturierter Walzen entsprechend strukturierte Schülpchen erzeugt werden können, in denen beispielsweise bestimmte Formen der späteren Duftperlen vorgegeben werden können. Das Schülpchenband wird nachfolgend durch eine Abschlag- und Zerkleinerungsvorgang in kleinere Stücke gebrochen und kann auf diese Weise zu Granulatkörnern verarbeitet werden, die durch weitere an sich bekannte Oberflächen-behandlungsverfahren weiter vergütet, insbesondere in annähernd kugelförmige Gestalt gebracht werden können.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird das erfindungsgemäße Verfahren mittels einer Pelletierung durchgeführt. Hierbei wird das duftstoffhaltige feste und im wesentlichen wasserfreie Vorgemisch auf eine perforierte Fläche aufgebracht und mittels eines druckgebenden Körpers unter Plastifizierung durch die Löcher gedrückt. Bei üblichen Ausführungsformen von Pelletpressen wird das Vorgemisch unter Druck verdichtet, plastifiziert, mittels einer rotierenden Walze in Form feiner Stränge durch eine perforierte Fläche gedrückt und schließlich mit einer Abschlagvorrichtung zu Granulatkörnern zerkleinert. Hierbei sind die unterschiedlichsten Ausgestaltungen von Druckwalze und perforierter Matrize denkbar. So finden beispielsweise flache perforierte Teller ebenso Anwendung wie konkave oder konvexe Ringmatrizen, durch die das Material mittels einer oder mehrerer Druckwalzen hindurchgepreßt wird. Die Preßrollen können bei den Tellergeräten auch konisch geformt sein, in den ringförmigen Geräten können Matrizen und Preßrolle(n) gleichläufigen oder gegenläufigen Drehsinn besitzen. Ein zur Durchführung des erfindungsgemäßes Verfahrens geeigneter Apparat wird beispielsweise in der deutschen Offenlegungsschrift DE 38 16 842 (Schlüter GmbH) beschrieben. Die in dieser Schrift offenbare Ringmatrizenpresse besteht aus einer rotierenden, von Preßkanälen durchsetzten Ringmatrize und wenigstens einer mit deren Innenfläche in Wirkverbindung stehenden Preßrolle, die das

# DE 199 17 692 A 1

dem Matrizenraum zugeführte Material durch die Preßkanäle in einen Materialaustrag preßt. Hierbei sind Ringmatrize und Preßrolle gleichsinnig antreibbar, wodurch eine verringerte Scherbelastung und damit geringere Temperaturerhöhung des Vorgemisches realisierbar ist. Selbstverständlich kann aber auch bei der Pelletierung mit heiz- oder kühlbaren Walzen gearbeitet werden, um eine gewünschte Temperatur des Vorgemisches einzustellen.

5 Ein weiteres Preßagglomerationsverfahren, das erfundengemäß eingesetzt werden kann, ist die Tablettierung. Aufgrund der Größe der hergestellten Formkörper kann es bei der Tablettierung sinnvoll sein, zusätzlich zum Bindemittel übliche Desintegrationshilfsmittel, beispielsweise Cellulose und ihre Derivate oder quervernetzte PVP zuzusetzen, die die Desintegration der Preßlinge in der Waschflotte erleichtern.

Die erfundengemäß hergestellten Duftperlen können zusätzlich noch nachträglich mit Parfüm bedüst werden. Auch 10 die herkömmliche Beduftungsvariante, d. h. die Abpuderung und Bedüsung mit Parfüm, lässt sich bei den erfundengemäß hergestellten Duftperlen durchführen.

Vorteilhaftweise werden bei den erfundengemäß hergestellten Duftperlen mindestens 30 Gew.-%, vorzugsweise mindestens 40 Gew.-% und insbesondere mindestens 50 Gew.-% des insgesamt im Formkörper enthaltenen Parfüms über das erfundengemäß Herstellverfahren in die Mittel eingebracht, d. h. in die Granulate bzw. Preßagglomerate eingearbeitet, während die restlichen 70 Gew.-%, vorzugsweise 60 Gew.-% und insbesondere 50 Gew.-% des insgesamt im Mittel enthaltenen Parfüms auf die Granulate bzw. Preßagglomerate, die gegebenenfalls oberflächenbehandelt sein können, aufgesprührt oder anders aufgebracht werden.

Durch die Aufteilung des Gesamt-Parfümgehaltes der Mittel in Parfüm, welches in den Granulaten bzw. Preßagglomeraten enthalten ist und Parfüm, das an den Granulaten bzw. Preßagglomeraten haftet, lässt sich eine Vielzahl von Produktkarakteristiken realisieren, die erst durch das erfundengemäß Verfahren möglich werden. So ist es beispielsweise 20 denkbar und möglich, den Gesamt-Parfümgehalt der Perlen in zwei Portionen x und y aufzuteilen, wobei der Anteil x aus haftfesten, d. h. weniger flüchtigen und der Anteil y aus leichter flüchtigen Parfümölern besteht.

Es sind nun Duftperlen herstellbar, in denen der Anteil des Parfüms, der über die Granulate bzw. Preßagglomerate in die Mittel eingebracht wird, hauptsächlich aus haftfesten Riechstoffen zusammengesetzt ist. Auf diese Weise können 25 haftfeste Riechstoffe im Produkt "festgehalten" werden und ihre Wirkung dadurch hauptsächlich im Waschvorgang entfalten. Demgegenüber tragen die leichter flüchtigen Riechstoffe zu einer intensiveren Beduftung der Duftsäckchen und der damit behandelten trockenen Wäsche bei. Das oben beschriebene Prinzip lässt sich selbstverständlich auch umkehren, indem die leichter flüchtigen Riechstoffe in die Granulate bzw. Preßagglomerate inkorporiert und die schwerer flüchtigen, haftfesten Riechstoffe auf die Perlen aufgesprührt werden. Auf diese Weise wird der Verlust der leichter flüchtigen Riechstoffe bei Lagerung und Transport minimiert, während die Duftcharakteristik der Perlen von den haftfesten Parfümen bestimmt wird.

In das erfundengemäß Verfahren lassen sich zusätzlich zu den genannten Bestandteilen des im wesentlichen wasserfreien Vorgemischs weitere Inhaltsstoffe in untergeordneten Mengen von 1 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 5 Gew.-% und insbesondere 1 bis 2 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Vorgemisch, einbringen. Diese Stoffe können dazu 35 dienen, die Duftperlen anzufärben oder ihnen anwendungstechnische Vorteile zu verleihen. Es können aber auch Waschmittelinhaltsstoffe zugegeben werden, deren übliche Einarbeitung verfahrenstechnische Nachteile mit sich bringt. So können Stoffe wie optische Aufheller, Phosphonate, Farübertragungsinhibitoren etc. zugesetzt werden.

## Beispiele

40 Durch Vermischen der nachfolgend genannten Rezepturbestandteile in einem Lötige-Mischer wurde ein rieselfähiges Vorgemisch hergestellt, das in einem Extruder verdichtet und plastifiziert wurde.

45

50

55

60

65

# DE 199 17 692 A 1

Tabelle 1

Duftperlen-Vorgemisch (Zusammensetzung in Gew.-%)

	DUP 1	DUP 2	DUP 3	DUP 4	DUP 5	DUP 6
Na-Salz einer Fettsäure (80% Palm/ 20% Cocos)	85,7	88,0	88,0	-	-	-
C12/18-Fettalkoholsulfat	-	-	-	-	-	5,0
Zeolith A	-	-	-	-	-	20,0
Zeolith X	-	-	-	10,0	-	-
Na-Silikat, Modul 2,4	-	-	-	-	10,0	-
PEG 4000	4,8	-	4,0	7,0	7,0	5,0
Sprühgranulat 1	-	-	-	73,0	-	-
Sprühgranulat 2	-	-	-	-	73,0	-
Sprühgranulat 3	-	-	-	-	-	60,3
Parfümöl	9,5	12,0	8,0	10,0	10,0	9,7

Zusammensetzung der Sprühgranulate (durch Sprühtrocknung hergestellte Tensidcompounds)

Sprühgranulat 1:

26,17 Gew.-% Na-C<sub>9-13</sub>-Alkylbenzolsulfonat  
 4,00 Gew.-% Natriumcarbonat  
 55,63 Gew.-% Zeolith A  
 0,70 Gew.-% Salze aus Lösung  
 13,00 Gew.-% Wasser  
 0,50 Gew.-% Natriumhydroxid

Sprühgranulat 2:

30,00 Gew.-% Na-C<sub>9-13</sub>-Alkylbenzoisulfonat  
 4,25 Gew.-% Natriumcarbonat  
 53,73 Gew.-% Natriumsilikat, Modul 2,4  
 0,85 Gew.-% Salze aus Lösung  
 11,17 Gew.-% Wasser

Sprühgranulat 3:

23,0 Gew.-% Na-C<sub>9-13</sub>-Alkylbenzolsulfonat  
 1,3 Gew.-% C<sub>16-18</sub>-Fettalkohol + 5 EO  
 46,4 Gew.-% Zeolith A  
 8,0 Gew.-% Acrylsäure-Maleinsäure-Copolymer, Na-Salz  
 1,6 Gew.-% 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure (HEDP)  
 3,8 Gew.-% Natriumsulfat  
 0,5 Gew.-% Natriumhydroxid  
 0,5 Gew.-% optische Aufheller  
 1,6 Gew.-% Salze aus Lösung  
 13,3 Gew.-% Wasser

Das gut rieselfähige Vorgemisch wies nach dem Verlassen des Mischers ein Schüttgewicht von ca. 400 g/l auf und wurde in einen Zweiwellenextruder der Fa. Lihotzky gegeben und unter Druck plastifiziert und extrudiert.

Das plastifizierte Vorgemisch verließ den Extruder durch eine Lochplatte mit Austrittsbohrungen von 2,5 mm Durchmesser. Die extrudierten Stränge wurden mit einem rotierenden Abschlagmesser auf ein Länge/Durchmesser-Verhältnis von ca. 1 abgeschlagen und in einem Marumerizer® verrundet. Nach dem Absieben der Feinanteile (< 1,6 mm) und der Grobanteile (> 3,2 mm) wiesen die Extrudate die in Tabelle 2 genannten physikalischen Eigenschaften auf.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Tabelle 2

## Physikalische Eigenschaften der Duftperlen

	DUP 1	DUP 2	DUP 3	DUP 4	DUP 5	DUP 6
Schüttgewicht [ $\text{gl}^{-1}$ ]	760	750	770	720	790	750
Granulatdurchmesser [mm]	2,6	2,3	2,4	2,6	2,5	2,6
Abriebfestigkeit [Verlust Gew.-%]	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5

Zur Bestimmung der Abriebfestigkeit wurden 200 g der Duftperlen 2 Minuten bei einer Amplitude von 2 mm auf einer analytischen Siebmaschine (AS 200; Fa. Retsch) mit einem Sieb, das 0,8 mm Maschenweite besaß, gesiebt. 100 g des Rückstands wurden anschließend zusammen mit 10 Keramikkugeln (Durchmesser 12 mm; Gewicht 8 g) 5 Minuten bei einer Amplitude von 2 mm auf der AS 200 gesiebt. Als Gewichtsverlust beim Sieben, wird die Differenz des Rückstandes nach diesem Abrasionssieben zu den eingesetzten 100 g bestimmt. Die Ergebnisse in Tabelle 2 sind dabei Mittelwerte, die sich aus Doppelbestimmungen ergeben.

Die Zusammensetzung der Parfümöl, die in den einzelnen Duftperlen verwendet wurden, ist in Tabelle 3 angegeben.

Tabelle 3

## Zusammensetzung der Parfümöl [Gew.-%]

Parfümöl Duft 1; blumig, ozoniger Duft	
Ethylenbrassilat	180
ISO E Super	135
Hedione	130
Cyclohexylsalicylat	100
Lilial	80
Sihydro-Beta-Jonon	60
Troenan	60
Phenylethylalkohol	45
Geraniol	40
Citronellol	40
Linalool	37
Helional	34
Eugenol rein	10
Canthoyal	8
Calone	7
Cyclovertal	6
Dimetol	5
Methylanthranilat 10% in DPG	5
Decalacton Gamma	4
Phenylessigsäure	3
Damascenonen 10% in DPG	3
Neroli Phase Oil	3
Cyclogalbanat	2
Indol	1
Isoeugenolmethylether	1
Ambroxan	1

Parfümöl Duft 2; frischer, rosiger Duft	
Hexylzimtaldehyd (Alpha)	170
Lilial	170
Ethllinalool	152
Citronellol	106
Ethylenbrassilat	80
Benzylacetat	41
Cyclohexylsalicylat	40
Citronellylacetat	40
Acetessigester	34
Geraniol	30
Phenylethylalkohol	28
Geraniumöl Bourbon	20
Linalool	14
Isoraldein 70	10
Indoflor	5
Ethylvanillin 10% in DPG	5
Rosenoxid R 10% in DPG	5
Muguet-Aldehyd 100%	5
Styrolylacetat	5
Cuminaldehyd 10% in DPG	5
Calone 10% in DPG	5
Phenylacetalaldehyddimethylacetale	5
Cyclovertal 10% in DPG	5
Petitgrainöl Paraguay	5
Ethylphenylacetat	4
Hexenylacetat	3
Hexenol (Beta Gamma)	3
Hydratropaaldehyd Dim. Acetal	2
Phenylethylphenylacetat	1
Cyclogalbanat	1
Ambroxan	1

Es wurden jeweils 10 g der erfundungsgemäßen Duftperlen in Säckchen (9 cm x 9 cm) aus Polyestergewebe gefüllt.

Die Beduftung von behandelten Textilien (Baumwolle) wurde als subjektiver Geruchseindruck von Parfümeuren beurteilt. Dazu wurden die Duftsäckchen in den Kleiderschrank, in dem die trockene Wäsche aufbewahrt wurde, gehängt, bzw. direkt in den Wäschestapel gelegt. Vergleichsversuche wurden mit Wäsche durchgeführt, die mit einem Weichspüler (Vernel®; Fa. Henkel), der den gleichen Duft enthielt, feucht beduftet war und nach dem Trocknen ebenfalls im Kleiderschrank gelagert wurde. Hierbei geben die Zahlenwerte in der Bewertungstabelle (Tabelle 4) die Intensität (Int.) auf einer Skala von 1–5 an, wobei 5 einem sehr starken Duft entspricht und 1 bedeutet, daß kein Duft mehr wahrnehmbar war. Das individuelle Gefallen wurde in einer Skala von 1 bis 7 ausgedrückt, wobei 1 für einen unangenehmen Eindruck vergeben wurde und 7 für sehr gutes gefallen steht. Die angegebenen Werte sind dabei Mittelwerte über die sieben Parfümeure, die an der Duftbeurteilung beteiligt waren.

45

50

55

60

65

Tabelle 4

Bewertung des Duftindrucks durch Parfümeure: Intensität (Int.): 1 (kein Duft) – 5 (sehr starker Duft); gefallen (gef.): 1 (sehr schlecht) – 7 (sehr gut)

5 10 15 20 25 30 35	<b>Duftbeurteilung</b> <b>Variante</b>	<u>frisch</u>		<u>nach 3 Tagen</u>		<u>nach 7 Tagen</u>		<u>nach 6 Wochen</u>	
		Int.	Gef.	Int.	Gef.	Int.	Gef.	Int.	Gef.
	Weichspüler - Duft 1	4-5	5	3-4	4	1-2	4	1	-
	DUP 6 - Duft 1 hängend im "Kleiderschrank"	4-5	5	4-5	5	4-5	5	3	5
	DUP 6 - Duft 1 im Wäschestapel	5	5	5	5	5	5	3-4	5
	Weichspüler - Duft 2	4-5	4	3-4	3-4	2	3-4	1	-
	DUP 6 - Duft 2 hängend im "Kleiderschrank"	4-5	4	4-5	4	4	4	3-4	4
	DUP 6 - Duft 2 im Wäschestapel	5	4	5	4	4-5	4	4	4

40 Frisch und nach 3 Tagen schnitt die feucht beduftete Wäsche und die Trocken beduftete Wäsche sowohl in der Intensität als auch beim Gefallen vergleichbar ab. Bereits nach einer Woche lies jedoch die Duftintensität bei der feucht bedufteten Wäsche stark nach. Nach 6 Wochen war der Duftindruck der mit Duftsäckchen bedufteten Wäsche noch immer intensiv und wurde als angenehm empfunden, während auf der mit Weichspüler behandelten Wäsche kein Duft mehr wahrnehmbar war.

45 Nach 6 Wochen im Duftsäckchen wurde DUP 6 zum Waschen von Textilien eingesetzt. Dabei wurde 30 Gew.-% des verwendeten Universalwaschmittels (Spee®; Fa. Henkel) durch die Duftperlen ersetzt. Die Waschergebnisse bei diesen Versuchen waren durchweg gut. Sowohl das Primär- als auch das Sekundärwaschverhalten war vergleichbar zu Versuchen, bei denen das Universalwaschmittel alleine eingesetzt wurde.

## Patentansprüche

- 50 1. Duftsäckchen, zur Beduftung von trockener Wäsche, dadurch gekennzeichnet, daß die Säckchen Duftperlen enthalten, die mindestens 1 Gew.-% Parfümöl enthalten und im wesentlichen aus Waschmittelinhaltsstoffen bestehen.
- 55 2. Duftsäckchen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Hülle des Säckchens aus einem duftdurchlässigen Material besteht, wobei der Poredurchmesser des Hüllmaterials kleiner als 0,5 mm ist.
- 60 3. Duftsäckchen nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Duftperlen eine durchschnittliche Teilchengröße von mehr als 1,5 mm aufweisen, wobei die Teilchengröße vorzugsweise in dem Bereich 2 bis 10 mm, besonders bevorzugt in dem Bereich 2, 3 bis 5 mm liegt.
- 65 4. Duftsäckchen nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Duftperlen 3 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 5 bis 20 Gew.-% Parfümöl enthalten.
- 70 5. Duftsäckchen nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Duftperlen als Trägerstoff(e) ein oder mehrere Stoffe aus der Gruppe der Tenside, Tensidcompounds, Di- und Polysaccharide, Silikate, Zeolith, Carbonate, Sulfate und Citrate in Mengen bis zu 99 Gew.-%, bevorzugt von 65 bis 97 Gew.-%, insbesondere von 70 bis 90 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gewicht des entstehenden Formkörpers, enthalten.
- 75 6. Duftsäckchen nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Duftperlen als Trägerstoff(e) ein oder mehrere Aniontensidcompounds oder Aniontenside, insbesondere Seifen, in Mengen von 65 bis 99 Gew.-%, vorzugsweise von 70 bis 90 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gewicht des entstehenden Formkörpers, enthalten.
- 80 7. Duftsäckchen nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Duftperlen als Trägerstoff(e)

# DE 199 17 692 A 1

ein oder mehrere Stoffe aus der Gruppe der Natriumsalze von gesättigten oder ungesättigten C<sub>8-24</sub>-Fettsäuren, vorzugsweise von gesättigten oder ungesättigten C<sub>12-18</sub>-Fettsäuren und insbesondere von gesättigten oder ungesättigten C<sub>16</sub>-Fettsäuren, in Mengen von 65 bis 99 Gew.-%, vorzugsweise von 70 bis 90 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gewicht des entstehenden Formkörpers, enthalten.

8. Duftperlen, die sich zum Einsatz in Duftsäckchen eignen, dadurch gekennzeichnet, daß sie mindestens 1 Gew.-% Parfümöl enthalten, im wesentlichen aus Waschmittelinhaltsstoffen bestehen und eine durchschnittliche Teilchengröße von mehr als 1,5 mm aufweisen. 5

9. Duftperlen gemäß Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die durchschnittliche Teilchengröße in dem Bereich 2 bis 10 mm, bevorzugt in dem Bereich 2, 3 bis 5 mm liegt.

10. Duftperlen nach einem der Ansprüche 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Duftperlen 3 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 5 bis 20 Gew.-% Parfümöl enthalten. 10

11. Duftperlen nach einem der Ansprüche 8 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Duftperlen als Trägerstoff(e) ein oder mehrere Stoffe aus der Gruppe der Tenside, Tensidcompounds, Di- und Polysaccharide, Silikate, Zeolith, Carbonate, Sulfate und Citrate in Mengen bis zu 99 Gew.-%, bevorzugt von 65 bis 95 Gew.-%, insbesondere von 70 bis 90 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gewicht des entstehenden Formkörpers, enthalten. 15

12. Duftperlen nach einem der Ansprüche 8 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Duftperlen als Trägerstoff(e) ein oder mehrere Aniontensidcompounds oder Aniontenside, insbesondere Seifen, in Mengen von 65 bis 99 Gew.-%, vorzugsweise von 70 bis 90 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gewicht des entstehenden Formkörpers, enthalten.

13. Duftperlen nach einem der Ansprüche 8 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Duftperlen als Trägerstoff(e) ein oder mehrere Stoffe aus der Gruppe der Natriumsalze von gesättigten oder ungesättigten C<sub>8-24</sub>-Fettsäuren, vorzugsweise von gesättigten oder ungesättigten C<sub>12-18</sub>-Fettsäuren und insbesondere von gesättigten oder ungesättigten C<sub>16</sub>-Fettsäuren, in Mengen von 65 bis 99 Gew.-%, vorzugsweise von 70 bis 90 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gewicht des entstehenden Formkörpers, enthalten. 20

14. Verfahren zur Herstellung von Duftperlen, die sich zum Einsatz in Duftsäckchen eignen, dadurch gekennzeichnet, daß ein festes und im wesentlichen wasserfreies Vorgemisch aus 1 bis 30 Gew.-% Parfümöl, 65 bis 99 Gew.-% Trägerstoffen und 0 bis 10 Gew.-% Hilfsstoffen einer Granulation oder Preßagglomeration unterworfen wird, wobei die Granulation oder Preßagglomeration so geführt wird, daß die resultierenden Duftperlen eine durchschnittliche Teilchengröße von mehr als 1,5 mm aufweisen. 25

15. Verfahren nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß das feste und im wesentlichen wasserfreie Vorgemisch einer Preßagglomeration, vorzugsweise einer Extrusion, einer Walzenkompaktierung oder einer Pelletierung unterworfen wird. 30

16. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 oder 15, dadurch gekennzeichnet, daß das Vorgemisch insgesamt einen Wassergehalt von nicht mehr als 15 Gew.-% aufweist, wobei dieses Wasser nicht in freier Form vorliegt und vorzugsweise der Gehalt an nicht an Zeolith und/oder Silikaten gebundenem Wasser nicht mehr als 10 Gew.-% und insbesondere nicht mehr als 7 Gew.-% beträgt. 35

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß als Trägerstoff(e) ein oder mehrere Stoffe aus der Gruppe der Tenside, Tensidcompounds, Di- und Polysaccharide, Silikate, Zeolith, Carbonate, Sulfate und Citrate in Mengen bis zu 99 Gew.-%, bevorzugt von 65 bis 95 Gew.-%, insbesondere von 70 bis 90 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gewicht des entstehenden Formkörpers, eingesetzt werden.

18. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß als Trägerstoff(e) ein oder mehrere Aniontensidcompounds oder Aniontenside, insbesondere Seifen, in Mengen von 65 bis 99 Gew.-%, vorzugsweise von 70 bis 90 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gewicht des entstehenden Formkörpers, eingesetzt werden. 40

19. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß als Trägerstoff(c) ein oder mehrere Stoffe aus der Gruppe der Natriumsalze von gesättigten oder ungesättigten C<sub>8-24</sub>-Fettsäuren, vorzugsweise von gesättigten oder ungesättigten C<sub>12-18</sub>-Fettsäuren und insbesondere von gesättigten oder ungesättigten C<sub>16</sub>-Fettsäuren, in Mengen von 65 bis 99 Gew.-%, vorzugsweise von 70 bis 90 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gewicht des entstehenden Formkörpers, eingesetzt werden. 45

20. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß als Hilfsstoff(e) ein oder mehrere Stoffe aus der Gruppe der Polyethylenglycole, der Fetalkoholalkoxylate und der Fettsäurealkoxylate in Mengen von 1 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise von 2 bis 9 Gew.-% und insbesondere von 5 bis 7 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gewicht des entstehenden Formkörpers, eingesetzt werden. 50

21. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 20, dadurch gekennzeichnet, daß als Hilfsstoff(e) ein oder mehrere Stoffe aus der Gruppe der Polyethylenglycole mit Molmassen zwischen 2 und 15 kgmol<sup>-1</sup>, vorzugsweise zwischen 4 und 10 kgmol<sup>-1</sup>, in Mengen von 0 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise von 2 bis 9 Gew.-% und insbesondere von 5 bis 7 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gewicht des entstehenden Formkörpers, eingesetzt werden. 55

22. Verwendung von Duftperlen in Duftsäckchen zum Bedufteten trockener Wäsche.

23. Verwendung von Duftperlen gemäß Anspruch 22, wobei die Duftperlen einen Durchmesser größer als 2,3 mm aufweisen und mehr als 5 Gew.-% Parfümöl enthalten.

**- Leerseite -**